

特 許 協 力 条 約

P C T

REC'D 17 FEB 2005

WIPO

PCT

特許性に関する国際予備報告（特許協力条約第二章）

（法第12条、法施行規則第56条）

〔PCT36条及びPCT規則70〕

出願人又は代理人 の書類記号 TU04-0617W01	今後の手続きについては、様式PCT/IPEA/416を参照すること。		
国際出願番号 PCT/JP2004/010714	国際出願日 (日.月.年) 28.07.2005	優先日 (日.月.年) 04.09.2003	
国際特許分類 (IPC) Int. Cl. C17 C01G3/10			
出願人 (氏名又は名称) 株式会社 日鉱マテリアルズ			

1. この報告書は、PCT35条に基づきこの国際予備審査機関で作成された国際予備審査報告である。  
法施行規則第57条（PCT36条）の規定に従い送付する。

2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。

3. この報告には次の附属物件も添付されている。

a ☒ 附属書類は全部で 3 ページである。

☒ 補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関が認めた訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面の用紙（PCT規則70.16及び実施細則第607号参照）

☐ 第I欄4.及び補充欄に示したように、出願時における国際出願の開示の範囲を超えた補正を含むものとこの国際予備審査機関が認定した差替え用紙

b ☐ 電子媒体は全部で (電子媒体の種類、数を示す)。  
配列表に関する補充欄に示すように、コンピュータ読み取り可能な形式による配列表又は配列表に関連するテーブルを含む。（実施細則第802号参照）

4. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。

- ☒ 第I欄 国際予備審査報告の基礎
- ☐ 第II欄 優先権
- ☐ 第III欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成
- ☐ 第IV欄 発明の単一性の欠如
- ☒ 第V欄 PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
- ☐ 第VI欄 ある種の引用文献
- ☐ 第VII欄 国際出願の不備
- ☐ 第VIII欄 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 12.01.2005	国際予備審査報告を作成した日 07.02.2005		
名称及びあて先 日本国特許庁 (IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員)  廣野 知子	4G	9266
電話番号 03-3581-1101 内線 3416			

様式PCT/IPEA/409 (表紙) (2004年1月)

## 第I欄 報告の基礎

1. この国際予備審査報告は、下記に示す場合を除くほか、国際出願の言語を基礎とした。

☐ この報告は、\_\_\_\_\_ 語による翻訳文を基礎とした。

それは、次の目的で提出された翻訳文の言語である。

- ☐ PCT規則12.3及び23.1(b)にいう国際調査  
☐ PCT規則12.4にいう国際公開  
☐ PCT規則55.2又は55.3にいう国際予備審査

2. この報告は下記の出願書類を基礎とした。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差替え用紙は、この報告において「出願時」とし、この報告に添付していない。)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書

第	1-4, 6, 8	ページ、	出願時に提出されたもの
第	5, 7	ページ*	12.01.2005 付けで国際予備審査機関が受理したもの
第		ページ*	付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 請求の範囲

第		項、	出願時に提出されたもの
第		項*	PCT19条の規定に基づき補正されたもの
第	1, 5-7	項*	12.01.2005 付けで国際予備審査機関が受理したもの
第		項*	付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 図面

第	1	ページ/図、	出願時に提出されたもの
第		ページ/図*	付けで国際予備審査機関が受理したもの
第		ページ/図*	付けで国際予備審査機関が受理したもの

☐ 配列表又は関連するテーブル

配列表に関する補充欄を参照すること。

3. ☒ 補正により、下記の書類が削除された。

<input type="checkbox"/> 明細書	第		ページ
<input checked="" type="checkbox"/> 請求の範囲	第	2-4, 8	項
<input type="checkbox"/> 図面	第		ページ/図
<input type="checkbox"/> 配列表(具体的に記載すること)			
<input type="checkbox"/> 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること)			

4. ☐ この報告は、補充欄に示したように、この報告に添付されかつ以下に示した補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c))

<input type="checkbox"/> 明細書	第		ページ
<input type="checkbox"/> 請求の範囲	第		項
<input type="checkbox"/> 図面	第		ページ/図
<input type="checkbox"/> 配列表(具体的に記載すること)			
<input type="checkbox"/> 配列表に関連するテーブル(具体的に記載すること)			

\* 4. に該当する場合、その用紙に“superseded”と記入されることがある。

第Ⅴ欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性（N）	請求の範囲	1, 5-7	有 無
	請求の範囲		
進歩性（IS）	請求の範囲	1, 5-7	有 無
	請求の範囲		
産業上の利用可能性（IA）	請求の範囲	1, 5-7	有 無
	請求の範囲		

2. 文献及び説明（PCT規則70.7）

請求の範囲1, 5-7に係る発明は、国際調査報告に引用されたいずれの文献にも、「不純物であるAgの含有量が0.01wtppm未満、As、Sb、Biの半金属元素の不純物がそれぞれ0.1wtppm未満、放射性元素のU、Thがそれぞれ0.001wtppm未満、重金属元素のFe、Cr、Niがそれぞれ0.1wtppm未満であり、かつ99.99wt%以上の純度を備えている高純度硫酸銅およびその製法」について記載されておらず、当業者にとって自明なものでもない。

w t p p m

不純物元素	原 料	実施例 1	参考例	実施例 2	比較例 1
B	1	<0.01	<0.01	<0.01	0.7
N a	13	<0.1	0.7	<0.1	7
M g	0.8	<0.01	<0.01	<0.01	0.5
A l	3.2	<0.1	<0.1	<0.1	1.6
S i	17	0.5	0.7	0.2	8
P	2.3	0.3	<0.1	0.1	1.1
C l	8.5	0.5	0.7	<0.1	3.5
K	3.1	<0.1	0.3	<0.1	1.2
C a	3.5	<0.1	0.8	<0.1	1.0
T i	0.4	<0.01	<0.01	<0.01	0.3
C r	18.1	<0.1	0.9	<0.1	9.5
M n	0.2	<0.1	<0.1	<0.1	0.1
F e	81	<0.1	7.6	<0.1	8.5
C o	3.5	<0.1	0.35	<0.1	1.5
N i	4.3	<0.1	0.43	<0.1	1.2
A g	2.5	<0.01	0.1	<0.01	1.5
A s	4.8	<0.1	0.32	<0.1	3.2
S b	2.4	<0.1	0.15	<0.1	1.3
B i	2.1	<0.1	0.18	<0.1	1.8
T h	0.02	<0.001	0.001	<0.001	0.01
U	0.01	<0.001	0.001	<0.001	0.007
水未溶解分残 渣(個/L)	150	なし	なし	なし	110

[0015] その後、室温まで冷却し、硫酸銅の結晶を析出させ、これをろ過して青色の高純度硫酸銅を得る。必要に応じて、初期結晶を除去しても良い。

最終ろ過後のろ液は、元の液量の2~40wt%とすることが望ましい。これは、未結晶の硫酸銅を含む残液とすることにより、Na、K等の不純物を結晶中に混入されるの

例1に示す過工程により、著しい純度向上が確認できた。

これらの不純物は、半導体装置等を製造する場合の回路又は配線等への銅めっきにおいて、特にきらわれる不純物であり、これらの不純物の低減化は極めて有効である。

[0020] (参考例)

実施例1と同様の原料を使用し、溶媒抽出を行わず実施例1の活性炭処理のみとその後の同様の処理を行った。その結果を、表1に示す。

この表1に示す通り実施例1よりはやや劣るが、Feのみ7.6wtppmで、他の不純物は1wtppm又は0.1wtppm以下に減少し、4N～5Nレベル以上の高純度硫酸銅が得られた。また、この高純度硫酸銅を再度溶解した場合の1μm以上のろ過による水未溶解分残渣はなかった。

実施例1よりも劣るが参考例2に示す過工程においても、相応の純度向上がある。これらの不純物は、半導体装置等を製造する場合の回路又は配線等への銅めっきにおいて、特にきらわれる不純物であり、これらの不純物の低減化は有効である。

[0021] (実施例2)

実施例1と同様の純度レベルの銅スクラップ原料を使用し、実施例1と同様の処理を行った。その結果を、表1に示す。

この表1に示す通り、不純物は1wtppm又は0.1wtppm以下に減少し、4N～5Nレベル以上の高純度硫酸銅が得られた。また、この高純度硫酸銅を再度溶解した場合の1μm以上のろ過による水未溶解分残渣はなかった。

本発明の実施例2に示す過工程により、著しい純度向上が確認できた。これらの不純物は、半導体装置等を製造する場合の回路又は配線等への銅めっきにおいて、特にきらわれる不純物であり、これらの不純物の低減化は極めて有効である。

[0022] (比較例1)

実施例1と同様の原料を使用し、溶媒抽出と活性炭処理せずに、実施例1と同様の工程で再結晶化を行った。その結果を、表1に示す。

この表1に示す通り、不純物の低減化は殆ど達成されず、また、この高純度硫酸銅を再度溶解した場合の1μm以上のろ過による水未溶解分残渣が110個/Lになっ

### 請求の範囲

- [1] (補正後) 不純物であるAgの含有量が0.01wtppm未満、As、Sb、Biの半金属元素の不純物がそれぞれ0.1wtppm未満、放射性元素のU、Thがそれぞれ0.001wtppm未満、重金属元素のFe、Cr、Niがそれぞれ0.1wtppm未満であり、かつ99.99wt%以上の純度を備えていることを特徴とする高純度硫酸銅。
- [2] (削除)
- [3] (削除)
- [4] (削除)
- [5] (補正後) 1 $\mu$ m以上の水の未溶解分残渣が100個/L以下であり、99.99wt%以上の純度を備えていることを特徴とする請求項1記載の高純度硫酸銅。
- [6] (補正後) 純度が99.999wt%以上の純度を備えていることを特徴とする請求項1又は5に記載の高純度硫酸銅。
- [7] (補正後) 純度95～99.5wt%以上の硫酸銅を溶解し、これを溶媒抽出と活性炭処理を行って再結晶化することを特徴とする請求項1、5又は6のいずれかに記載の高純度硫酸銅の製造方法。
- [8] (削除)



**Translation**

**PATENT COOPERATION TREATY**

PCT/JP2004/010714



**PCT**

**INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY**  
(Chapter II of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference TU04-0617WO1	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Form PCT/IPEA/416	
International application No. PCT/JP2004/010714	International filing date ( <i>day/month/year</i> ) 28 July 2004 (28.07.2004)	Priority date ( <i>day/month/year</i> ) 04 September 2003 (04.09.2003)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C01G 3/10		
Applicant NIKKO MATERIALS CO., LTD.		

<p>1. This report is the international preliminary examination report, established by this International Preliminary Examining Authority under Article 35 and transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>3</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p>3. This report is also accompanied by ANNEXES, comprising:</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> (<i>sent to the applicant and to the International Bureau</i>) a total of <u>3</u> sheets, as follows:</p> <p style="margin-left: 40px;"> <input checked="" type="checkbox"/> sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis of this report and/or sheets containing rectifications authorized by this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions).  <input type="checkbox"/> sheets which supersede earlier sheets, but which this Authority considers contain an amendment that goes beyond the disclosure in the international application as filed, as indicated in item 4 of Box No. I and the Supplemental Box. </p> <p>b. <input type="checkbox"/> (<i>sent to the International Bureau only</i>) a total of (indicate type and number of electronic carrier(s)) _____, containing a sequence listing and/or tables related thereto, in computer readable form only, as indicated in the Supplemental Box Relating to Sequence Listing (see Section 802 of the Administrative Instructions).</p>	
<p>4. This report contains indications relating to the following items:</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Box No. I      Basis of the report</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. II      Priority</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. III      Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. IV      Lack of unity of invention</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Box No. V      Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. VI      Certain documents cited</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. VII      Certain defects in the international application</p> <p><input type="checkbox"/> Box No. VIII      Certain observations on the international application</p>	

Date of submission of the demand 12 January 2005 (12.01.2005)	Date of completion of this report 07 February 2005 (07.02.2005)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

## INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/JP2004/010714

## Box No. I Basis of the report

1. With regard to the language, this report is based on the international application in the language in which it was filed, unless otherwise indicated under this item.

☐ This report is based on translations from the original language into the following language \_\_\_\_\_, which is language of a translation furnished for the purpose of:

☐ international search (under Rules 12.3 and 23.1(b))

☐ publication of the international application (under Rule 12.4)

☐ international preliminary examination (under Rules 55.2 and/or 55.3)

2. With regard to the elements of the international application, this report is based on (*replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report*):

☐ The international application as originally filed/furnished

☒ the description:

pages \_\_\_\_\_ 1-4,6,8 \_\_\_\_\_, as originally filed/furnished

pages\* \_\_\_\_\_ 5,7 \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_ 12 January 2005 (12.01.2005)

pages\* \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_

☒ the claims:

pages \_\_\_\_\_, as originally filed/furnished

pages\* \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement) under Article 19

pages\* \_\_\_\_\_ 1,5-7 \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_ 12 January 2005 (12.01.2005)

pages\* \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_

☒ the drawings:

pages \_\_\_\_\_ 1 \_\_\_\_\_, as originally filed/furnished

pages\* \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_

pages\* \_\_\_\_\_ received by this Authority on \_\_\_\_\_

☐ a sequence listing and/or any related table(s) – see Supplemental Box Relating to Sequence Listing.

3. ☒ The amendments have resulted in the cancellation of:

☐ the description, pages \_\_\_\_\_

☒ the claims, Nos. \_\_\_\_\_ 2-4,8 \_\_\_\_\_

☐ the drawings, sheets/figs \_\_\_\_\_

☐ the sequence listing (*specify*): \_\_\_\_\_

☐ any table(s) related to sequence listing (*specify*): \_\_\_\_\_

4. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments annexed to this report and listed below had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

☐ the description, pages \_\_\_\_\_

☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_

☐ the drawings, sheets/figs \_\_\_\_\_

☐ the sequence listing (*specify*): \_\_\_\_\_

☐ any table(s) related to sequence listing (*specify*): \_\_\_\_\_

\* If item 4 applies, some or all of those sheets may be marked "superseded."



## INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY

International application No.

PCT/JP2004/010714

**Box No. V Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement****1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1, 5-7	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1, 5-7	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1, 5-7	YES
	Claims		NO

**2. Citations and explanations (Rule 70.7)**

None of the documents cited in the ISR describes, in the inventions relating to claims 1 and 5-7, "high-purity copper sulfate having a content of Ag, which is an impurity, less than 0.01wtppm; an impurity content of As, Sb, and Bi, which are of semi-metal elements, respectively less than 0.1 wtppm, that of U and Th, which are radioactive elements, respectively less than 0.001 wtppm, and that of Fe, Cr and Ni, which are heavy metal elements, respectively less than 0.1 wtppm; and a purity of 99.99wt% or higher, and a manufacturing method therefor"; nor it is obvious to a party skilled in the art.